

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

WEST

S

## End of Result Set



Generate Collection

Print

L18: Entry 10 of 10

File: JPAB

Jan 30, 1992

PUB-NO: JP404027373A

DOCUMENT-IDENTIFIER JP 04027373 A

TITLE: PREPARATION OF ~~IMPROVING SHELF~~ STABILITY OF FOOD

PUBN-DATE: January 30, 1992

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SAWADA, GENDO

AKAHA, YOSHIAKI

NAITOU, HATSUYO

FUJITA, MASASHI

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

NIPPON SHINYAKU CO LTD

APPL-NO: JP02133661

APPL-DATE: May 23, 1990

INT-CL (IPC): A23L 3/3508; A23B 7/10; A23B 7/153; A23L 1/10; A23L 3/3472; A23L 3/3562

## ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain the title preparation improving shelf stability of food without imparting a bad influence on flavor and physical properties of food, containing an organic acid, chitosan and an extract of seed of citrus fruits.

CONSTITUTION: The objective preparation containing an organic acid (acidic salt) (e.g. acetic acid, lactic acid, citric acid, malic acid or gluconic acid), chitosan and an extract of seed of citrus fruits (e.g. extract of seed of Citrus unshiu Marc., Citrus natsudaidei Hayata or grape fruit).

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&amp;Japio

4/9/194 (Item 32 from file: 399)  
DIALOG(R)File 399:CA SEARCH(R)  
(c) 2002 American Chemical Society. All rts. reserv.

116254430 CA: 116(25)254430j PATENT  
Synergistic food preservatives containing organic acids, chitosan, and  
citrus seed extracts

INVENTOR(AUTHOR): Sawada, Gendo; Akaha, Yoshiaki; Naito, Hatsuyo; Fujita,  
Masashi

LOCATION: Japan,

ASSIGNEE: Nippon Shinyaku Co., Ltd.

PATENT: Japan Kokai Tokkyo Koho ; JP 9227373 A2 ; JP 0427373 DATE:  
920130

APPLICATION: JP 90133661 (900523)

PAGES: 5 pp. CODEN: JKXXAF LANGUAGE: Japanese CLASS: A23L-003/3508A;  
A23B-007/10B; A23B-007/153B; A23L-001/10B; A23L-003/3472B; A23L-003/3562B

SECTION:

CA217006 Food and Feed Chemistry

IDENTIFIERS: lactate chitosan bactericide synergistic food, citrus seed  
ext preservative food, acid chitosan preservative synergistic food

DESCRIPTORS:

Bactericides, Disinfectants, and Antiseptics, synergistic...

contg: lactate and chitosan and citrus seed exts., for foods

Rice...

cooked, preservatives contg. chitosan and org. acid and citrus seed  
exts. for

Carboxylic acids, biological studies...

food preservatives contg. chitosan and citrus seed exts. and,  
synergistic

Food...

preservatives contg. chitosan and org. acid and citrus seed exts. for

Chinese cabbage...

salted, preservatives contg. chitosan and org. acid and citrus seed  
exts. for

Citrus... Grapefruit... Orange...

seed ext. of, food preservatives contg. chitosan and org. acid and,  
synergistic

CAS REGISTRY NUMBERS:

9012-76-4 66267-50-3 food preservatives contg. citrus seed exts. and,  
synergistic

## ⑫ 公開特許公報(A)

平4-27373

⑤Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬公開 平成4年(1992)1月30日

A 23 L 3/3508

6977-4B

7732-4B

7732-4B

A 23 B

7/10

7/14

A

※

審査請求 有 請求項の数 1 (全5頁)

⑭発明の名称 食品の保存性向上製剤

⑮特 願 平2-133661

⑯出 願 平2(1990)5月23日

⑰発 明 者 澤 田 玄 道 京都府京都市南区吉祥院西ノ庄門口町14番地 日本新薬株式会社内

⑰発 明 者 赤 羽 義 章 京都府京都市南区吉祥院西ノ庄門口町14番地 日本新薬株式会社内

⑰発 明 者 内 藤 初 代 京都府京都市南区吉祥院西ノ庄門口町14番地 日本新薬株式会社内

⑰発 明 者 藤 田 昌 史 京都府京都市南区吉祥院西ノ庄門口町14番地 日本新薬株式会社内

⑰出 願 人 日本新薬株式会社 京都府京都市南区吉祥院西ノ庄門口町14番地

⑰代 理 人 弁理士 片岡 宏 外1名

最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

食品の保存性向上製剤

## 2. 特許請求の範囲

(1) 有機酸又は有機酸の酸性塩、キトサン及び柑橘種子抽出物を含有してなる食品の保存性向上製剤。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、食品の保存性向上製剤に関する。

〔従来の技術〕

ソルビン酸等のいわゆる合成保存料に依存せず、微生物による食品の腐敗を防止し、食品の保存性を向上させる目的で、各種有機酸及び無機酸、重合リン酸塩、低級脂肪酸モノグリセライド、アミノ酸又は酵素等の天然物を単独又は数種併用して添加すること等の方法が行われている。

しかしながら、上記天然物の組合せだけでは、食品の保存性は充分でないばかりか、食品の風味低下、異臭の発生、物性の変化等、種々の問題が

生じることが多い。

〔発明が解決しようとする課題〕

こうしたことから、食品の保存性を向上させ、かつ、食品の風味、物性に悪影響を与えない素材が現在なお求められている。

そこで、本発明者らは、保存性が高く、かつ、呈味性の優れた食品を提供するための、食品の保存性向上製剤を見出すことを目的として検討を行った。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者らは、上記目的を達成するため種々の素材についてスクリーニングをした結果、①各種有機酸又はその酸性塩、②キトサン、及び、③柑橘種子抽出物を選び出した。これらのものは、ある程度の抗菌効果を持つことが、すでに知られているが、各単独で食品の保存性を向上させるに充分な量を添加すると、酸味、異臭、苦味が発生し、また、食感、弾力、保水性等、食品の重要な物性を損なうことが多い。

本発明者らは、鋭意研究の結果、上記①、②、

③を適当な割合で配合したものを食品に添加すると、当該食品の風味や物性を損なうことなく保存性を著しく向上させ得ることを見出し、ようやく本発明を完成するに至った。上記①、②、③の割合は、各々通常使用される添加量の範囲内である。

本発明で用いるキトサンは、キチンをアルカリ処理等の常法により脱アセチル化して得られるものであり、その分子量は特に問わない。キトサンは水に難溶であるので、食品中に均一に分散させるためには、酸に溶解させることが望ましい。本発明で用いる有機酸は、キトサンを溶解するためのものであり、通常食品加工に使用される、例えば、酢酸、乳酸、クエン酸、リンゴ酸、グルコン酸、フマル酸、酒石酸若しくはフィチン酸等又はこれら有機酸の酸性塩溶液のいずれでもよい。上記有機酸の一種又は二種以上を混合した水溶液に、キトサン及び柑橘種子抽出物を加えることにより、本発明製剤を得ることができる。本発明で用いる柑橘種子抽出物は、例えば、温州みかん、夏みかん、グレープフルーツ、レモンといった柑橘類の

種子抽出物である。

なお、本発明に係る保存性向上製剤には、必要に応じて動植物エキスを、醗酵液等の調味料を加えて食品の保存性を向上させると共に、食品の香味を向上させることも可能である。

#### 〔実施例〕

以下に、調製例、試験例、実験例をあげて本発明を更に詳しく説明する。

#### 調製例1 グレープフルーツの種子抽出物の調製

グレープフルーツの種子を流水中に一晩放置し、これをよく乾燥させた後粉碎した。そして、粉碎した種子500gを丸底フラスコにとり、水1ℓを加えて100℃で10時間還流抽出した。冷却後、固形部分を除去し、得られた液体部分912.0gを約1/10量となるまで濃縮した。冷却後、濃縮により発生した沈殿物等を除去し、更に濃縮して、種子抽出物15.2gを得た。

#### 調製例2 温州みかんの種子抽出物の調製

温州みかんの種子を流水中に一晩放置し、これをよく乾燥させた後粉碎した。そして、粉碎した種子500gを丸底フラスコにとり、10%エタノール水溶液1ℓを加えて80℃で6時間還流抽出した。冷却後、固形部分を除去し、得られた液体部分820gを約1/10量となるまで濃縮した。冷却後、濃縮により発生した沈殿物等を除去し、更に濃縮して種子抽出物18.4gを得た。

#### 試験例1 インビトロ系抗菌力試験

##### (試料の調製)

有機酸として乳酸、柑橘種子抽出物として調製例1で得られたグレープフルーツ種子抽出物及びキトサンを用いて下記配合割合の製剤A及び製剤Bを調製した。

(以下次頁)

	製剤A	製剤B
乳酸	5%	10%
キトサン	3.5%	3.5%
柑橘種子抽出物	3.5%	3.5%
蒸留水	88%	83%

##### (抗菌力試験)

標準寒天培地で30℃にて17時間培養した被験菌を無菌水に懸濁させ、菌数 $10^8$ /mlの菌液を調製した。乳酸、キトサン、種子抽出物、製剤A、製剤Bの試料を所定量添加した標準寒天培地(pH6.5)平板上に上記菌液を画線して、30℃にて培養を行った。抗菌力の判定基準は、試料無添加(対照区)の菌の増殖度をⅢとした場合に増殖を認めないものをー、増殖の徴候が認められるものを±、他増殖の程度に応じて+、++、Ⅲ(対照区と同じ増殖)とした。なお、ヘテロ醗酵型乳酸菌については、ダーラム管を入れた直径18mm試験管に試料を溶解したMRS培地(pH6.5)を無菌的に調整し、これに別にMRS培地で30℃、17時間前後培養した

液を無菌水に懸濁させた菌液 ( $10^6/ml$ ) を0.02ml 加えた。そして、これらを30℃にて培養し、上記と同じ判定基準により抗菌力を判定した。その結果は、表1に示すとおりである。

(以下次頁)

表1

検体名		無添加	乳 酸
添加量			0.1%
菌株名	保存日数	1 2 3	1 2 3
Bacillus cereus		++	+++
Escherichia coli k-12		++	+++
Staphylococcus aureus		++	+++
Salmonella typhimurium		++	++
Lactobacillus viridescens		++	+++
Leuconostoc mesenteroides		++	+ ++

キトサン	種子抽出液	製剤A	製剤B
0.035%	0.035%	1.0%	1.0%
1 2 3	1 2 3	1 2 3	1 2 3
+++	+++	+++	+++
++	++	---	---
++	+++	---	---
+++	++	---	---
+++	++	- ++	- ++
+++	++	---+	---+

表1の結果から、乳酸、キトサン、種子抽出物各単独の添加では、顕著な抗菌効果は見られないが、三者を併用した製剤A及び製剤Bの添加では、顕著な抗菌効果が認められた。また、製剤Aと製剤Bの比較から、この効果は乳酸の濃度に依存していないので、単なるpH低下によるものでないことは明らかである。

#### 実験例1 米飯添加実験

(米飯の試作)

米900gを水洗して、1時間水浸した後水を切り、水1000ml又は製剤A 9gを含む水1000mlを加えて炊飯した。

(官能検査)

熟練したパネル15名により、製剤A無添加の米飯と製剤A添加の米飯について嗜好による官能検査を実施した。その結果を表2に示す。

(以下次頁)

表2

米飯	味が好ましいとしたパネルの数
無添加区	8名
製剤A添加区	7名

表2から明らかなように、両者の間には、有意な差は見られなかった。

(保存試験)

炊きあがった米飯に汚染細菌としてBacillus cereus、Lactobacillus sp. (市販米飯製品より分離) 及びStaphylococcus aureus をそれぞれ米飯1gに対して10セルになるように添加した。これらを20℃に保存し、菌数の増加を比較した。

その結果を、表3に米飯を20℃で保存した場合の米飯1g当たりの菌数の変化として示した。

(以下次頁)

表 3

米飯	汚染細菌	初発	1 日	2 日
無添加区	<i>Bacillus cereus</i>	100以下	$2.0 \times 10^3$	$3.4 \times 10^5$
	<i>Lactobacillus</i> sp.	100以下	$8.8 \times 10^5$	$1.2 \times 10^7$
	<i>Staphylococcus aureus</i>	100以下	$1.6 \times 10^4$	$3.4 \times 10^5$
製剤 A 添加区	<i>Bacillus cereus</i>	100以下	100以下	$1.5 \times 10^4$
	<i>Lactobacillus</i> sp.	100以下	$2.1 \times 10^3$	$4.1 \times 10^4$
	<i>Staphylococcus aureus</i>	100以下	100以下	$7.0 \times 10^3$

表 3 から明らかなように、いずれの細菌で汚染された場合でも、無添加区に比較して製剤 A 添加区の米飯では、細菌増殖の抑制が認められた。

#### 実験例 2 白菜漬漬添加実験

(試料の調製)

漬物調味液 (植物蛋白加水分解物 4.3%、みりん 10.7%、水 85%) と本発明調味液 (植物蛋白加水

分解物 4.3%、みりん 10.7%、乳酸 0.1%、キトサン 0.05%、調製例 2 の柑橘種子抽出物 0.15%、水 84.7%) を調製した。水洗した白菜を適当な大きさに切り、次亜塩素酸ナトリウム希釈液に 5 分間浸した後水洗し、飽和食塩水に一晩漬けた。そして、これをよく水洗し、水切りした。この白菜 500g に対して、対照区には漬物調味液 117.5g、食塩 7.5g、水 125g を加え、試験区には本発明調味液 117.5g、食塩 7.5g、水 125g を加えた。更に、対照区及び試験区のそれぞれに対して、市販の白菜キムチより分離した *Lactobacillus* sp. と *Leuconostoc* sp. を汚染細菌として調味液 1 ml 当たり各 10 セルとなるように加えてよく混合した。

(保存試験)

このようにして調製した白菜漬漬を 10℃ で保存し、調味液 1 ml 中の細菌数の変化を調べた。

その結果は、表 4 に示すとおりである。

(以下次頁)

表 4

	漬物検体	
	漬物調味液添加区	本発明調味液添加区
初発	100 以下	100 以下
1 日	$3.9 \times 10^5$	100 以下
2 日	$7.4 \times 10^7$	100 以下
3 日	$8.1 \times 10^8$	100 以下
4 日	$8.3 \times 10^8$	100 以下
5 日	$8.1 \times 10^8$	$1.0 \times 10^3$

表 4 から明らかなように、漬物調味液添加区では、2 日後に細菌数が  $10^7/\text{ml}$  を越えたのに対し、本発明調味液添加区では、5 日目に僅かに細菌数が検出されたのみであり、顕著な細菌増殖抑制効果が認められた。

[発明の効果]

本発明によれば、有機酸又はその酸性塩、キトサン、柑橘種子抽出物の相乗作用により、食品の風味、物性に悪影響を与えず、食品の保存性を向

上させることが可能である。

出願人 日本新薬株式会社

代理人 弁理士 片岡 宏 (他 1 名)

第1頁の続き

⑤Int. Cl. <sup>5</sup>		識別記号	庁内整理番号
A 23 B	7/10		7732-4B
	7/153		
A 23 L	1/10	E	2121-4B
	3/3472		6977-4B
	3/3562		6977-4B